



中华人民共和国国家标准

GB/T 35771—2017

化妆品中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的测定 气相色谱-质谱法

Determination of dimethyl sulfate and diethyl sulfate in cosmetics—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2017-12-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本标准起草单位:广州质量监督检测研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、中检联盟(北京)质检技术研究院有限公司、北京普瑞分析仪器有限公司、广东雅丽洁精细化工有限公司、欧诗漫生物股份有限公司、广州市加能轻工产品检验有限公司、广东丸美生物技术股份有限公司、广州静美化妆品科技有限公司、谱尼测试集团股份有限公司、伽蓝(集团)股份有限公司、完美(广东)日用品有限公司、江苏天瑞仪器股份有限公司、广东越联仪器有限公司、金科伟业(中国)有限公司、无限极(中国)有限公司、广东利诚检测技术有限公司。

本标准主要起草人:刘冬虹、吴楚森、王斌、王莉、洗燕萍、吴玉鑫、孟杰、李景升、吕宏喜、吕英杰、霍刚、李杰明、裴运林、聂艳峰、邓燕民、宋薇、贡辉、黄瑞娟、周立、刘佩武、刘万江、刘凤松、韦秀胆。

化妆品中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于水基类、乳液类、膏霜类、啫喱类、粉类、蜡基类和油状化妆品中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的定性和定量测定。

2 原理

试样中的硫酸二甲酯和硫酸二乙酯经溶剂提取,用气相色谱-质谱法测定;采用选择离子监测(SIM)模式扫描,以保留时间和特征选择离子的丰度比定性,外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 甲醇:色谱纯。

3.2 四氢呋喃:分析纯。

3.3 乙酸乙酯:分析纯。

3.4 硫酸二甲酯标准物质: CAS:77-78-1,分子式: $C_2H_6O_4S$,纯度大于 98%。

3.5 硫酸二乙酯标准物质: CAS:64-67-5,分子式: $C_4H_{10}O_4S$,纯度大于 98%。

3.6 无水硫酸钠:分析纯,于 650 °C 灼烧 4 h,储存于密闭干燥器中。

3.7 单标标准贮备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):分别准确称取适量标准物质(3.4)和(3.5),用甲醇(3.1)配制成质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的单标标准贮备液。于 4 °C 避光保存,有效期 1 个月。

3.8 混合标准中间工作液(50.0 $\mu\text{g/mL}$):吸取单标标准贮备液(3.7)500.0 μL 于 10 mL 容量瓶中,用甲醇(3.1)定容,混匀。于 4 °C 避光保存,有效期 10 d。

3.9 混合标准工作液:准确移取适量混合标准中间工作液(3.8),用甲醇(3.1)逐级稀释成质量浓度为 0.25 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列混合标准工作液。现配现用。

3.10 滤膜:有机滤膜,孔径 0.22 μm 。

3.11 氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4 仪器设备

4.1 气相色谱-质谱(GC-MS)仪:配有电子轰击源(EI)。

4.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

4.3 涡旋振荡器:最高转速不低于 3 000 r/min。

4.4 离心机:最高转速不低于 4 000 r/min。